

**PATENT ABSTRACTS OF JAPAN**

①

(11)Publication number : 06-192651

(43)Date of publication of application : 12.07.1994

(51)Int.Cl.

C09K 9/02

(21)Application number : 04-344237

(71)Applicant : TORAY IND INC

(22)Date of filing : 24.12.1992

(72)Inventor : NAKAMURA MASATAKA  
MORI YOICHI  
TANIGUCHI TAKASHI**(54) PHOTOCROMIC COMPOSITE MATERIAL****(57)Abstract:****PURPOSE:** To obtain a photochromic chromene composite material covered with a thin protective film and having an excellent durability.**CONSTITUTION:** The material comprises a layer containing a photochromic chromene material and a thin film layer made of fine metal oxide or metal particles.**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination] 03.08.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 12.02.2003

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-192651

(43)公開日 平成6年(1994)7月12日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

C 0 9 K 9/02

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

B 7188-4H

審査請求 未請求 請求項の数4(全 7 頁)

(21)出願番号 特願平4-344237

(22)出願日 平成4年(1992)12月24日

(71)出願人 000003159

東レ株式会社

東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号

(72)発明者 中村 正孝

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

(72)発明者 森 与一

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

(72)発明者 谷口 孝

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

(54)【発明の名称】 フォトクロミック複合体

(57)【要約】

【構成】次の(a)および(b)を構成成分に含むことを特徴とするフォトクロミック複合体。

(a)クロメン系フォトクロミック材料を含む層。

(b)金属酸化物微粒子または金属微粒子よりなる薄膜層。

【効果】薄い膜厚の保護膜で被覆した耐久性に優れたクロメン系フォトクロミック複合体が得られた。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 次の(a)および(b)を構成成分に含むことを特徴とするフォトクロミック複合体。

(a) クロメン系フォトクロミック材料を含む層。

(b) 金属酸化物微粒子または金属微粒子よりなる薄膜層。

【請求項2】 請求項1記載のフォトクロミック複合体からなる窓ガラス。

【請求項3】 請求項1記載のフォトクロミック複合体からなる情報記録材料。

【請求項4】 請求項1記載のフォトクロミック複合体からなるレンズ。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

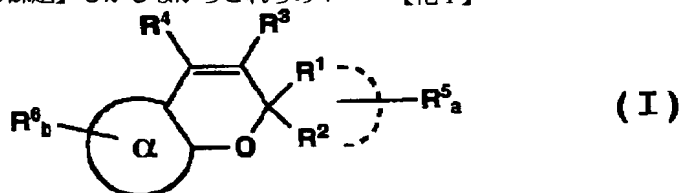
【産業上の利用分野】 本発明は、フォトクロミック複合体に関するものであり、特に印刷、光学機器、記録材料、表示材料、調光材料、感光素子、衣料、装飾用の材料として好適に用いられる。

## 【0002】

【従来の技術】 フォトクロミック材料をポリマーでラミネートして保護したフォトクロミック複合体が、特表平1-500740号公報に示されており、該複合体は耐久性に優れているとされている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながらこれらの\*



〔式中、 $R^1$ 、 $R^2$  は、独立の場合には、水素、炭素数1～20のアルキル基、炭素数7～20のアラルキル基および炭素数6～19のアリール基から選ばれた置換基を表し、非独立の場合には互いに結合し、スピロ炭素原子も含めて、炭素数3～30の環を表す。ただし環を形成する元素として窒素は含まない。〕

【0010】  $R^5$  は、 $R^1$  または  $R^2$  上の置換基、あるいは  $R^1$  と  $R^2$  が形成する環上の置換基を表す。

【0011】  $\alpha$  環は、炭素数3～30の環を表す。

【0012】  $R^6$  は、 $\alpha$  環上の置換基を表す。

【0013】 a、bはそれぞれ0～30の整数を表す。

【0014】  $R^3 \sim R^6$  は、水素、ヒドロキシ基、炭素数0～40のアミノ基、炭素数1～20のアルコキシ基、炭素数7～15のアラルコキシ基、炭素数6～14のアリーロキシ基、炭素数1～20のアシルオキシ基、炭素数1～20のアルキル基、炭素数2～20のアルケニル基、炭素数2～20のアルキニル基、炭素数7～15のアラルキル基、炭素数6～14のアリール基、ハロ

\* 材料は、有機ポリマーを用いてあるため、水遮断性や気体遮断性に劣っており、完全に良好な耐久性を達成するためには、厚い膜厚のポリマーでラミネートしなくてはならなかった。

【0004】 本発明はかかる従来技術の欠点を解決しようとするものであり、薄い膜厚の保護膜で被覆した耐久性に優れたクロメン系フォトクロミック複合体を提供することを目的とする。

## 【0005】

10 【課題を解決するための手段】 かかる課題を解決するために、本発明のフォトクロミック複合体は、下記の構成を有する。

【0006】 「次の(a)および(b)を構成成分に含むことを特徴とするフォトクロミック複合体。

【0007】 (a) クロメン系フォトクロミック材料を含む層。

【0008】 (b) 金属酸化物微粒子または金属微粒子よりなる薄膜層。」

本発明においてクロメン系フォトクロミック材料とは、具体的には下記式(I)で表わされるクロメン系化合物、または下記式(I)で表わされる化合物を単独で重合、または他のモノマーと共重合して得られるクロメン系ポリマーを表わす。

## 【0009】

## 【化1】

ゲノ基、シアノ基、カルボン酸基、ニトロ基、炭素数1～20のアシル基、炭素数2～20のアルコキシカルボニル基、炭素数8～20のアラルコキシカルボニル基、炭素数7～20のアリーロキシカルボニル基、炭素数1～20のカルバモイル基、スルホン酸基、炭素数1～20のアルコキシスルフォニル基、炭素数7～20のアラルコキシスルフォニル基、炭素数6～20のアリーロキシスルフォニル基、炭素数0～20のスルファモイル基および炭素数2～30の重合可能な基から選ばれた置換基を表す。]

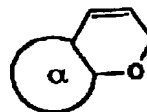
$R^1$ 、 $R^2$  は、独立の場合には、水素、炭素数1～20のアルキル基、炭素数7～20のアラルキル基および炭素数6～19のアリール基から選ばれた置換基を表すが、その好ましい具体例としては、メチル基、プロピル基、ヘキシル基、オクタデシル基などの鎖状アルキル基；tert-ブチル基、2-エチルヘキシル基などの分枝状アルキル基；シクロヘキシル基、ノルボルニル基、アダマンチル基などのシクロアルキル基；ベンジル基、フェネチル基、(2-ナフチル)メチル基などのア

ラルキル基；フェニル基、1-ナフチル基などのアリアル基などが挙げられる。また $R^1$ 、 $R^2$ は、非独立の場合には互いに結合し、スピロ炭素原子も含めて、炭素数3～30の環を表し、ただし環を形成する元素として窒素は含まないが、その好ましい具体例としては、アダマンタン環、ノルボルナン環、ビスクロ[3, 3, 1]ノナン環、シクロヘキサン環、シクロペンタン環、シクロプロパン環などを挙げることができる。

【0015】 $R^1$ 、 $R^2$ 、あるいは $R^1$ と $R^2$ が形成する環には、置換基 $R^5$ が0～30個置換していてもよい。 $R^5$ で表わされるa個の置換基は、aが2以上の場合はそれぞれ同種であっても異種であってもよい。\*

\*【0016】 $\alpha$ 環は、炭素数3～30の環を表わすが、式(1)の中で、

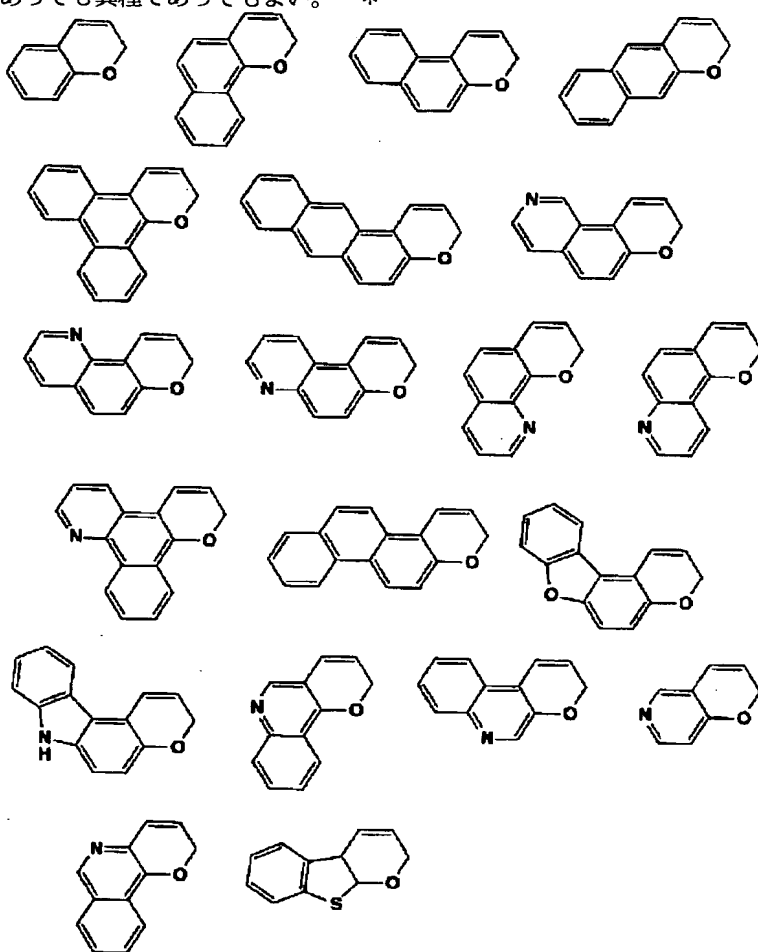
【化2】



で表わされる環の具体例としては、下記のものが挙げられる。

【0017】

【化3】



$\alpha$ 環には、置換基 $R^6$ が0～30個置換していてもよい。 $R^6$ で表わされるb個の置換基は、bが2以上の場合はそれぞれ同種であっても異種であってもよい。

【0018】a、bはそれぞれ0～30の整数を表わす。

【0019】 $R^3 \sim R^6$ は、水素、ヒドロキシ基、炭素数0～40のアミノ基、炭素数1～20のアルコキシ基、炭素数7～15のアラルコキシ基、炭素数6～14のアリーロキシ基、炭素数1～20のアシルオキシ基、

炭素数1～20のアルキル基、炭素数2～20のアルケニル基、炭素数2～20のアルキニル基、炭素数7～15のアラルキル基、炭素数6～14のアリアル基、ハロゲノ基、シアノ基、カルボン酸基、ニトロ基、炭素数1～20のアシル基、炭素数2～20のアルコキシカルボニル基、炭素数8～20のアラルコキシカルボニル基、炭素数7～20のアリーロキシカルボニル基、炭素数1～20のカルバモイル基、スルホン酸基、炭素数1～20のアルコキシスルフォニル基、炭素数7～20のア

ラルコキシスルフォニル基、炭素数6~20のアリーロキシスルフォニル基、炭素数0~20のスルファモイル基および炭素数2~30の重合可能な基から選ばれた置換基を表すが、これらの置換基の具体的な例としては、水素；ヒドロキシ基；アミノ基、ジエチルアミノ基、ピペリジノ基、ピロリジノ基、モルホリノ基などのアミノ基；メトキシ基、エトキシ基、tert-ブトキシ基などのアルコキシ基；ベンジロキシ基、フェネチロキシ基などのアラルコキシ基；フェノキシ基、2-ナフチロキシ基などのアリーロキシ基；ホルミルオキシ基、アセトキシ基、ベンゾイルオキシ基などのアシルオキシ基；メチル基、プロピル基、オクタデシル基などの鎖状アルキル基；イソプロピル基、2-エチルヘキシル基などの分枝状アルキル基；シクロヘキシル基、ノルボルニル基、アダマンチル基などのシクロアルキル基；ビニル基、アリル基、イソプロペニル基、1, 3-ブタジエニル基などのアルケニル基；エチニル基、2-プロピニル基などのアルキニル基；ベンジル基、フェネチル基、(2-ナフチル)メチル基などのアラルキル基；フェニル基、1-ナフチル基などのアリール基；フルオロ基、クロロ基、プロモ基などのハロゲノ基；シアノ基；カルボン酸基、カルボン酸ソーダ基などのカルボン酸基；ニトロ基；ホルミル基、アセチル基、ベンゾイル基などのアシル基；エトキシカルボニル基、イソプロポキシカルボニル基、(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)オキシカルボニル基などのアルコキシカルボニル基；ベンジロキシカルボニル基、フェネチロキシカルボニル基などのアラルコキシカルボニル基；フェノキシカルボニル基、2-ナフチロキシカルボニル基などのアリーロキシカルボニル基；カルバモイル基、N-プロピルカルバモイル基、N-フェニルカルバモイル基などのカルバモイル基；スルフォン酸基、スルフォン酸ソーダ基などのスルフォン酸基；メトキシスルフォニル基、エトキシスルフォニル基、プロポキシスルフォニル基などのアルコキシスルフォニル基；ベンジロキシスルフォニル基、フェネチロキシスルフォニル基などのアラルコキシスルフォニル基；フェノキシスルフォニル基、2-ナフチロキシスルフォニル基などのアリーロキシスルフォニル基；スルファモイル基、N-プロピルスルファモイル基、N-フェニルスルファモイル基などのスルファモイル基、メタクリロイルオキシ基、メタクリロイル基、メタクリロイルアミノ基、メタクリロイルチオ基、4-メタクリロイルオキシピペリジノ基、2-メタクリロイルオキシエチル基、3-メタクリロイルオキシプロピル基、4-メタクリロイルオキシブチル基、6-メタクリロイルオキシヘキシル基、8-メタクリロイルオキシオクチル基、11-メタクリロイルオキシウンデシル基、(2-メタクリロイルオキシエチル)オキシ基、(2-メタクリロイルオキシエチル)チオ基、(2-メタクリロイルオキシエチル)アミノ基、N-(2-メタクリロイルオキシ

エチル)カルバモイル基、N-(2-メタクリロイルオキシエチル)カルバモイルオキシ基、アクリロイルオキシ基、アクリロイル基、アクリロイルアミノ基、アクリロイルチオ基、4-アクリロイルオキシピペリジノ基、2-アクリロイルオキシエチル基、3-アクリロイルオキシプロピル基、4-アクリロイルオキシブチル基、6-アクリロイルオキシヘキシル基、8-アクリロイルオキシオクチル基、11-アクリロイルオキシウンデシル基、(2-アクリロイルオキシエチル)オキシ基、(2-アクリロイルオキシエチル)チオ基、(2-アクリロイルオキシエチル)アミノ基、N-(2-アクリロイルオキシエチル)カルバモイル基、N-(2-アクリロイルオキシエチル)カルバモイルオキシ基、ビニル基、ビニルオキシ基、ビニルオキシカルボニル基、ビニルアミノ基、ビニルアミノカルボニル基、アリル基、アリルオキシ基、アリルオキシカルボニル基、アリルアミノ基、アリルアミノカルボニル基、グリシジル基、グリシジルオキシ基、グリシジルオキシカルボニル基などの重合可能な基が挙げられる。

【0020】 $R^3 \sim R^6$ のうちのどれかが重合可能な基を表わす場合、合成の容易さ、重合反応性の高さという点で、アクリロイル基またはメタクリロイル基を含有する置換基がより好ましい。

【0021】式(1)の化合物が重合可能な置換基を有する場合は、単独で重合して、あるいは他の重合性化合物と共重合してクロメン系フォトクロミックポリマーとして用いることが好ましい。ポリマーの溶解性が大きい点、式(1)の化合物の使用量が少なくても経済性からは、他の重合性化合物と共重合したポリマーを用いることがより好ましい。

【0022】式(1)の化合物を他のモノマーと共重合する場合の他のモノマーとしては、重合可能な置換基を有する化合物であればよく、また多官能であってもよいが、その具体例としては、アクリル酸、メタクリル酸、アクリル酸エステル、メタクリル酸エステル、アクリロニトリル、メタクリロニトリル、エチレングリコールジメタクリレートなどのアクリル系モノマー；スチレン、ジビニルベンゼン、 $\alpha$ -メチルスチレン、などのスチレン系モノマー；酢酸ビニル系モノマー；エチレン、プロピレン、ブタジエン、塩化ビニル、塩化ビニリデンなどのオレフィン系モノマー；ビスフェノールAのビスグリシジルエーテルなどのエポキシモノマー；有機重合性官能基を有するシラン系化合物；有機重合性官能基を有するスピロオキサジン系化合物；有機重合性官能基を有するスピロピラン系化合物；有機重合性官能基を有するジアリールエテン系化合物などが挙げられる。

【0023】式(1)で表わされる化合物および他の重合性化合物は、複数種類を共重合して用いても良い。

【0024】また式(1)で表わされる化合物を、単独または共重合して得られるフォトクロミックポリマーを

複数種類混合して用いても良い。

【0025】他の重合性化合物と共重合する場合、式(1)で表わされる化合物の含有量は、目的および使用方法などによって決められるべきものであるが、視覚に対する感度という観点からは、他の樹脂重量の0.01~20重量%が好ましい。

【0026】式(1)で表わされる化合物からなるクロメン系フォトクロミックポリマーは、ポリマー溶液としてコーティング組成物として用いたり、またエマルジョン化を行ってスクリーン印刷、グラビア印刷などの各種印刷手法によって種々の基板に適用可能である。またコーティング法としては種々の手法、例えばディップコーティング、スピンコーティング、ロールコーティングなどが採用できる。またクロメン系フォトクロミックポリマーは、単独あるいは他のポリマーと混合して、フィルムや板として用いることもできる。

【0027】本発明(a)成分のクロメン系フォトクロミック材料を含む層には、クロメン系フォトクロミック材料のほかにポリマー、無機微粒子、紫外線吸収剤、酸化防止剤、一重項酸素クエンチャー、ラジカルトラップ剤、染料、顔料、水、有機溶媒等を含んでいても良い。

【0028】本発明(b)成分の金属酸化物微粒子または金属微粒子よりなる薄膜層において、金属酸化物微粒子または金属微粒子の具体的な例としてはSiO<sub>2</sub>微粒子、SiO微粒子、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>微粒子、ZrO<sub>2</sub>微粒子、TiO<sub>2</sub>微粒子、Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>微粒子、HfO<sub>2</sub>微粒子、TiO微粒子、Ti<sub>2</sub>O<sub>3</sub>微粒子、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>微粒子、Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>微粒子、MgO微粒子、CeO<sub>2</sub>微粒子、In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>微粒子、SnO<sub>2</sub>微粒子、Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>微粒子、In微粒子、Sn微粒子、Si微粒子、Al微粒子、Zr微粒子、Ti微粒子、Ta微粒子、Hf微粒子、Y微粒子、Yb微粒子、Mg微粒子、Ce微粒子、Sb微粒子などを挙げることができる。

【0029】これらは、同一層内に複数種類が含まれていてもよく、また複数種類の膜を重ねた多層膜として用いられていてもよい。

【0030】本発明(b)成分の金属酸化物微粒子または金属微粒子よりなる薄膜層の製膜法としては種々の方法が適用できるが、例としては真空蒸着法、イオンプレーティング法、スパッタリング法などに代表されるPhysical Vapor Deposition法が好ましく適用できる。

【0031】本発明(b)成分の金属酸化物微粒子または金属微粒子よりなる薄膜層の膜厚は、特に限定されないが、1nm~10μmの範囲が好ましく、10nm~1μmがより好ましい。膜厚がこの範囲未満の場合は、耐久性に優れたフォトクロミック材料を得ることが難しく、膜厚がこの範囲を超える場合は、製膜コストが大きくなりすぎる傾向がある。

【0032】本発明のフォトクロミック複合体は、構成

成分(a)、(b)以外の構成成分を有してよい。

【0033】他の構成成分としては、とくに限定されないが、基材、補強材、他の層などを例として挙げることができる。

【0034】基材や補強材としてはフィルム、板、各種成形体、繊維、布など様々な形状を有する有機ポリマー；フィルム、板、各種成形体、繊維、布など様々な形状を有する無機物が適用できる。無機物としてはガラス、金属、金属酸化物、鉱石、などが挙げられる。

【0035】補強材は本発明のフォトクロミック複合体に貼り合わせたり、本発明のフォトクロミック複合体の一部に練り込んだりして使うことができる。

【0036】構成成分(a)と構成成分(b)の間に密着性を向上させる目的の層が存在してもよい。そのような層としては、金属酸化物微粒子または金属微粒子を含む有機ケイ素重合体、金属酸化物微粒子または金属微粒子を含む有機ポリマー層などが好適な例として挙げられる。

【0037】本発明のフォトクロミック複合体の用途としては、印刷物、サングラスレンズ、各種ゴーグル、保護メガネレンズ、カメラの調光フィルター、ヘルメットシールド、光で書込を行なう記録材料、表示、消去を繰り返し行なうことが可能な表示材料、フロントガラス、サンルーフなどの自動車用ウインドー、カーテン、調光フィルム、調光合わせガラス、光量の変化を屈折率、電気抵抗、吸光度などの変化に変換する光素子、衣服、玩具、化粧品、筆記具などが好適な例として挙げられる。

【0038】

【実施例】次に実施例を挙げて説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

#### 実施例1

##### ①密着性向上層用塗料の作製

回転子を備えた反応器中にγ-グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン(248g)を仕込み、液温を10℃に保ち、マグネチックスターラーで攪拌しながら0.01規定塩酸水溶液(36.0g)を徐々に滴下した。滴下終了後、冷却をやめてγ-グリシドキシプロピルメチルジエトキシシランの加水分解物を得た。

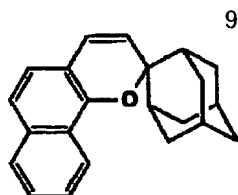
【0039】このシランの加水分解物に、メタノール(400g)、メタノールシリカゾル(触媒化成工業(株)商品名OSCAL-1132、平均粒子系13nm)(580g)、アルミニウムアセチルアセトナート(17.4g)を添加し、充分攪拌して密着性向上層用塗料とした。

##### 【0040】②フォトクロミック層用塗料の調製

下記式(11)の化合物(3重量部)、ポリブチルメタクリレート(27重量部)およびトルエン(70重量部)よりなる溶液を調製した。

【0041】

【化4】



(II)

## ③フォトクロミック層の作製

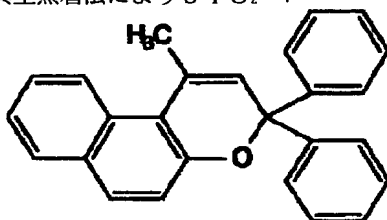
前記②で調製した溶液をスライドガラス上にバーコート法により塗布したのち、加熱によりトルエンを除去し、フォトクロミック層を有する物品を作製した。フォトクロミック層の膜厚は約15 μmであった。

## 【0042】④密着性向上層の作製

前記③で作製した物品上に、前記①で調製した溶液を、引上げ速度10 cm/分の条件で浸漬法で塗布した。次いで、80℃で12分間予備硬化を行ない、さらに90℃で4時間加熱して密着性向上層を有する物品を作製した。

【0043】⑤SiO<sub>2</sub> 薄膜層の作製

前記④で作製した物品上に、真空蒸着法によりSiO<sub>2</sub> \*



(III)

②SiO<sub>2</sub> 薄膜層の作製

前記①で作製した物品上に、スパッタリング法によりSiO<sub>2</sub> を膜付けしてSiO<sub>2</sub> 薄膜層を有する物品を得た。SiO<sub>2</sub> 膜の厚さは約120 nmであった。

## ③耐光性試験

カーボンアークフェードメーター（スガ試験機製）を用いて、前記①で作製した物品と前記②で作製した物品の耐光性試験を行なった。

【0048】その結果、①で作製した物品はフェードメーターテスト5時間で紫外光を照射しても全く着色しなかったが、②で作製した物品はフェードメーターテスト60時間後でも紫外光を照射すると着色した。

## 【0049】実施例3

## ①密着性向上層用塗料の作製

回転子を備えた反応器中にγ-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン（236 g）を仕込み、液温を10℃に保ち、マグネチックスターラーで攪拌しながら0.01規定塩酸水溶液（54.0 g）を徐々に滴下した。滴下終了後、冷却をやめてγ-グリシドキシプロピルトリメトキシシランの加水分解物を得た。

【0050】このシランの加水分解物に、メタノール（390 g）、メタノールシリカゾル（触媒化成工業（株）商品名OSCAL-1132、平均粒子系13 nm）（557 g）、アルミニウムアセチルアセトナート

\*を膜付けしてSiO<sub>2</sub> 薄膜層を有する物品を得た。SiO<sub>2</sub> 膜の厚さは約120 nmであった。

## 【0044】⑥耐光性試験

カーボンアークフェードメーター（スガ試験機製）を用いて、前記④で作製した物品と前記⑤で作製した物品の耐光性試験を行なった。

【0045】その結果、④で作製した物品はフェードメーターテスト5時間で紫外光を照射しても全く着色しなかったが、⑤で作製した物品はフェードメーターテスト20時間後でも紫外光を照射すると着色した。

## 【0046】実施例2

## ①フォトクロミック層用塗料の調製

式（I I）の化合物の代りに下記式（I I I）の化合物を用いる他は実施例1の①～④と同様に行なって、スライドガラス上にフォトクロミック層および密着性向上層を有する物品を得た。

## 【0047】

## 【化5】

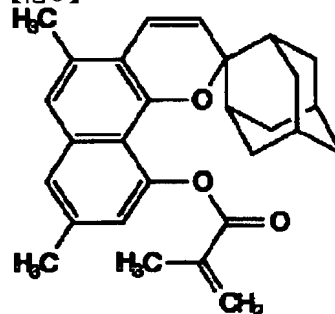
（16.7 g）を添加し、充分攪拌して密着性向上層用塗料とした。

## 【0051】②フォトクロミック層用塗料の調製

下記式（I V）の化合物（10重量部）、および2-エチルヘキシルメタクリレート（90重量部）をトルエン（100重量部）に溶解した。この溶液に重合開始剤として2, 2'-アゾビス（2, 4-ジメチルバレロニトリル）を0.3重量%加え、75℃で7時間重合を行なった。

## 【0052】

## 【化6】



(IV)

## ③フォトクロミック層の作製

前記②で得た溶液をポリメチルメタクリレート板上にスピンコート法により塗布したのち、加熱によりトルエン

を除去し、フォトクロミック層を有する物品を作製した。フォトクロミック層の膜厚は約20 $\mu$ mであった。

【0053】④密着性向上層の作製

前記③で作製した物品上に、前記①で調製した溶液を、引上げ速度10cm/分の条件で浸漬法で塗布した。次いで、80℃で12分間予備硬化を行ない、さらに90℃で4時間加熱して密着性向上層を有する物品を作製した。

【0054】⑤Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 薄膜層の作製

前記④で作製した物品上に、スパッタリング法によりAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 10を膜付けしてAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 薄膜層を有する物品を得た。Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 膜の厚さは約80nmであった。

【0055】⑥耐光性試験

カーボンアークフェードメーター（スガ試験機製）を用いて、前記④で作製した物品と前記⑤で作製した物品の耐光性試験を行なった。

【0056】その結果、④で作製した物品はフェードメーターテスト5時間で紫外光を照射しても全く着色しなかったが、⑤で作製した物品はフェードメーターテスト20時間後でも紫外光を照射すると着色した。

【0057】

【発明の効果】薄い膜厚の保護膜で被覆した耐久性に優れたクロメン系フォトクロミック複合体が得られた。